

US

PCT

国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)
[PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 SF-745	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220)及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JP01/04617	国際出願日 (日.月.年) 31.05.01	優先日 (日.月.年) 07.06.00
出願人(氏名又は名称) 株式会社トクヤマ		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 2 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記録した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は

☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 1 図とする。 ☒ 出願人が示したとおりである。

☐ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
Int.Cl¹ C04B35/581, H05K3/40

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))
Int.Cl¹ C04B35/581~35/582, 35/64
H05K3/40, 3/46
H01L23/12

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2001年
日本国登録実用新案公報 1994-2001年
日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, 10-107437, A(京セラ株式会社) 24. 4月. 1998 (24. 04. 98), 請求項 1, 【0019】 (ファミリーなし)	1-8
Y	JP, 8-88453, A(株式会社東芝) 2. 4月. 1996 (02. 04. 96), 【0018】 ~ 【0026】 (ファミリーなし)	1-8
A	JP, 11-31881, A(株式会社住友金属エレクトロデバイス) 2. 2月. 1999 (02. 02. 99), 【図3】, 【図5】 (ファミリーなし)	1-8
A	JP, 8-88451, A(株式会社東芝) 2. 4月. 1996 (02. 04. 96), 【0004】 (ファミリーなし)	1-8

☐ C欄の続きにも文献が列举されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 18. 06. 01

国際調査報告の発送日

26.06.01

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号 100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)
三崎 仁



4 T 8928

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001年12月13日 (13.12.2001)

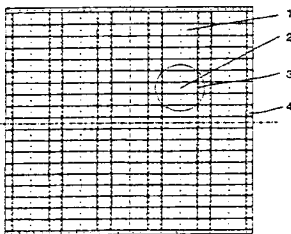
PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/94273 A1

- (51) 国際特許分類: C04B 35/581, H05K 3/40 (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 山本 玲緒
(YAMAMOTO, Reo) [JP/JP]; 神山 美英 (KAMIYAMA,
(21) 国際出願番号: PCT/JP01/04617 Yoshihide) [JP/JP]; 〒745-0053 山口県徳山市御影町1
番1号 株式会社 トクヤマ内 Yamaguchi (JP).
(22) 国際出願日: 2001年5月31日 (31.05.2001)
(25) 国際出願の言語: 日本語 (74) 代理人: 鈴木俊一郎 (SUZUKI, Shunichiro); 〒141-0031
東京都品川区西五反田七丁目13番6号 五反田山崎ビ
(26) 国際公開の言語: 日本語 ル6階 鈴木国際特許事務所 Tokyo (JP).
(30) 優先権データ: 添付公開書類:
特願2000-170961 2000年6月7日 (07.06.2000) JP — 国際調査報告書
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社 2文字コード及び他の略語については、定期発行される
トクヤマ (TOKUYAMA CORPORATION) [JP/JP]; 〒 各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
745-0053 山口県徳山市御影町1番1号 Yamaguchi (JP). のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING ALUMINUM NITRIDE SINTERED BODY IN WHICH VIA HOLE IS MADE

(54) 発明の名称: ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法

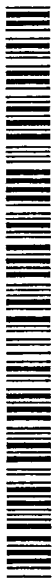


(57) Abstract: An aluminum nitride sintered body free from crack, having a via hole and a good appearance, and prepared by sintering an aluminum nitride formed body having a through hole for making a via hole with high insolubility and sufficiently densifying the sintered body. One or more through holes for making dummy via holes not used for electrical connection are made around a through hole for making a via hole with high isolability. A conductive paste is placed also in the through holes for making dummy via holes. The aluminum nitride formed body is sintered.

(57) 要約:

孤立性の高いビアホール形成用貫通孔を有する窒化アルミニウム成形体を焼成して、十分に緻密化したビアホールを有し、亀裂等を有さず外観が良好な窒化アルミニウム焼結体を提供する。

孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲に、電氣的接続に利用しないダミービアホール形成用貫通孔を一個以上形成させ、該ダミービアホール形成用貫通孔にも導電ペーストを充填した後、窒化アルミニウム成形体を焼成する。



WO 01/94273 A1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/04617

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl.⁷ C04B35/581, H05K3/40

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C04B35/581-35/582, 35/64, H05K3/40, 3/46, H01L23/12

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 10-107437, A (Kyocera Corporation), 24 April, 1998 (24.04.98), Claim 1; Par. No. [0019] (Family: none)	1-8
Y	JP, 8-88453, A (Toshiba Corporation), 02 April, 1996 (02.04.96), Par. Nos. [0018] to [0026] (Family: none)	1-8
A	JP, 11-31881, A (Sumitomo Metal (SMI) Electronics Devices Inc.), 02 February, 1999 (02.02.99), Figs. 3, 5 (Family: none)	1-8
A	JP, 8-88451, A (Toshiba Corporation), 02 April, 1996 (02.04.96), Par. No. [0004] (Family: none)	1-8

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
18 June, 2001 (18.06.01)

Date of mailing of the international search report
26 June, 2001 (26.06.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001 年 12 月 13 日 (13.12.2001)

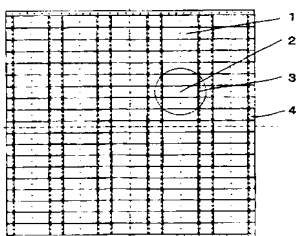
PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/94273 A1

- (51) 国際特許分類: C04B 35/581, H05K 3/40 (72) 発明者; および
(21) 国際出願番号: PCT/JP01/04617 (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 山本 玲 緒
(22) 国際出願日: 2001 年 5 月 31 日 (31.05.2001) (YAMAMOTO, Reo) [JP/JP]; 神山 美 英 (KAMIYAMA, Yoshihide) [JP/JP]; 〒745-0053 山口県徳山市御影町1番1号 株式会社 トクヤマ内 Yamaguchi (JP).
(25) 国際出願の言語: 日本語 (74) 代理人: 鈴木 俊 一郎 (SUZUKI, Shunichiro); 〒141-0031 東京都品川区西五反田七丁目13番6号 五反田山崎ビル6階 鈴木国際特許事務所 Tokyo (JP).
(26) 国際公開の言語: 日本語 (81) 指定国 (国内): CA, GB, JP, US.
(30) 優先権データ: 添付公開書類:
特願2000-170961 2000 年 6 月 7 日 (07.06.2000) JP 国際調査報告書
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社 トクヤマ (TOKUYAMA CORPORATION) [JP/JP]; 〒745-0053 山口県徳山市御影町1番1号 Yamaguchi (JP). 2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING ALUMINUM NITRIDE SINTERED BODY IN WHICH VIA HOLE IS MADE

(54) 発明の名称: ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法



(57) Abstract: An aluminum nitride sintered body free from crack, having a via hole and a good appearance, and prepared by sintering an aluminum nitride formed body having a through hole for making a via hole with high insolubility and sufficiently densifying the sintered body. One or more through holes for making dummy via holes not used for electrical connection are made around a through hole for making a via hole with high isolability. A conductive paste is placed also in the through holes for making dummy via holes. The aluminum nitride formed body is sintered.

(57) 要約:

孤立性の高いビアホール形成用貫通孔を有する窒化アルミニウム成形体を焼成して、十分に緻密化したビアホールを有し、亀裂等を有さず外観が良好な窒化アルミニウム焼結体を提供する。

孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲に、電気的接続に利用しないダミービアホール形成用貫通孔を一個以上形成させ、該ダミービアホール形成用貫通孔にも導電ペーストを充填した後、窒化アルミニウム成形体を焼成する。



WO 01/94273 A1

明 細 書

ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法

技術分野

本発明は、ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法に関する。特に、孤立性の高いビアホールを有し、かつ該孤立性の高いビアホールが十分に緻密化し亀裂を有さない窒化アルミニウム焼結体の製造方法に関する。

背景技術

窒化アルミニウム焼結体は、高い熱伝導率を有し、電気絶縁性が良く、集積回路を形成するシリコン（Si）とほぼ同じ熱膨張率を有する等の優れた性質を持つため、半導体回路部品の基板等として汎用されている。

こうしたなか、焼結体の貫通孔に導電層が充填されてなる、いわゆるビアホールを含む窒化アルミニウム焼結体は、該ビアホールを中継して半導体外部回路間の電氣的接続をとることができるため、極めて有用に使用されている。ここで、窒化アルミニウム焼結体に形成されるビアホールは、目的とする半導体搭載用基板の設計仕様に合せて、その配置や数、孔径などが種々決められる。

窒化アルミニウム焼結体に、ビアホールを形成する有利な方法のひとつとして同時焼成法がある。同時焼成法は、窒化アルミニウム成形体に形成されたビアホール形成用貫通孔に導電ペーストを充填した後、該成形体を焼成することにより、ビアホールの焼成と基板の焼結とを一回の焼成で同時に行う方法である。この方法は、少ない工程で効率的に、ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体を製造することができるため、有用な方法である。

しかしながら、同時焼成法は、ビアホール形成用貫通孔の孤立性が高い場合（すなわちひとつのビアホール形成用貫通孔の周囲に、他のビアホール形成用貫通孔が密に存在しない場合）には、該孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲において、導電層部分と窒化アルミニウム焼結体部分との収縮率の差の影響を大きく受けて焼結のバランスが悪くなり、窒化アルミニウム焼結体内部にクラックが発生したり、ビアホールの緻密化不足、またそれにより内部の導電層に亀裂が発生し、外観不良が生じていた。

そして、このようにして発生した亀裂には、焼結体表面への導体金属薄膜等の薄膜形成工程において、ガスまたは液体、不純物などがトラップされ、その膨張による膜の膨れや、焼結体表面に汚れが付着することによる膜の密着強度の低下を引き起こしていた。さらに、このように孤立性の高いビアホールにおいて、緻密化不足が起こると、該ビアホールの位置精度の低下を招くことがある。

従って、孤立性の高いビアホール形成用貫通孔を有する窒化アルミニウム成形体を焼成しても、上記問題の生じ難い方法を開発することが望まれていた。

発明の開示

本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意研究を重ねてきた。その結果、窒化アルミニウム成形体に、孤立性の高いビアホール形成用貫通孔とともに、電氣的接続に利用しないダミーのビアホール形成用貫通孔を形成させることにより、上記の課題が解決できることを見出し、本発明を完成させるに至った。

より具体的には、本発明は、ビアホール形成用貫通孔と電氣的接続に利用しないダミービアホール形成用貫通孔とを有する窒化アルミニウム成形体を、該ビアホール形成用貫通孔およびダミービアホール形成用貫通孔に導電ペースト

を充填した後焼成して、ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体を製造する方法であって、

導電ペースト充填後のビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率 (X_v 、%) と、窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率 (X_s 、%) との差 ($X_v - X_s$) が $-1.0 \sim 9.5\%$ となるように、窒化アルミニウム成形体に、該ビアホール形成用貫通孔およびダミービアホール形成用貫通孔を設けることを特徴としている。

また、本発明は、上記窒化アルミニウム焼結体を製造する方法において、該ビアホール形成用貫通孔の少なくとも一個が、その周囲に他のビアホール形成用貫通孔が密に存在しない孤立性の高いものであり、該孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲に、ダミービアホール形成用貫通孔を一個以上形成することも特徴としている。

図面の簡単な説明

図1は、本発明における、窒化アルミニウム成形体に対して、ビアホール形成用貫通孔とダミービアホール形成用貫通孔とを形成した状態を示す平面図である。点線円は、ビアホール形成用貫通孔の中心から半径5.0mmの周囲を示している。

図2は、従来における、窒化アルミニウム成形体に対して、ビアホール形成用貫通孔を形成した状態を示す平面図である。

- 1 ; 窒化アルミニウム成形体
- 2 ; ビアホール形成用貫通孔
- 3 ; ダミービアホール形成用貫通孔
- 4 ; 廃棄域

発明を実施するための最良の形態

本発明において、窒化アルミニウム成形体は、窒化アルミニウム粉末、焼結助剤、および有機結合剤等の有機物成分からなる組成物を成形したものである。形態は、特に制限されるものではないが、通常は、シート状であるのが好ましい。

窒化アルミニウム成形体には、ビアホール形成用貫通孔が1つ以上形成されている。そして、その内の少なくとも一個は、周囲に他のビアホール形成用貫通孔が密に存在しない孤立性の高い状態で設けられている。前記したとおり、孤立性の高いビアホール形成用貫通孔を有する窒化アルミニウム成形体を焼成する場合、導電層部分と窒化アルミニウム焼結体部分との収縮率の差の影響を強く受け、焼結のバランスが悪くなり、ビアホールの緻密化不足、またそれによる亀裂発生などの外観不良が生じ易い。従って、こうした窒化アルミニウム成形体を対象とすることにより、本発明の効果は良好に達成される。

本発明では、導電ペースト充填後のビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率(X_v 、%)と、窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率(X_s 、%)との差($X_v - X_s$)が $-1.0 \sim 9.5\%$ 、好ましくは $1.0 \sim 5.5\%$ 、さらに好ましくは $1.7 \sim 4.5\%$ となるように、窒化アルミニウム成形体に、ビアホール形成用貫通孔と、電氣的接続に利用しないダミービアホール形成用貫通孔を形成することで上記問題を解消している。

貫通孔に充填される導電ペーストは、後述するように高融点金属を含有している。このような高融点金属が窒化アルミニウム成形体中に埋め込まれた場合、その含量の増減により、窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率(X_s)は、ほとんど変動しないのに対し、ビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率(X_v)は、

埋め込まれる高融点金属含量が多くなると、 X_s に比べて同程度あるいは大きくなり、反対に埋め込まれる金属含量が少なくなると、 X_s に比べて小さくなる。 X_s と X_v は必ずしも一致する必要はなく、ある程度の範囲内に入りバランスが取れていれば、問題ない。しかし、この焼成収縮率の差 ($X_v - X_s$) が -1.0% 未満の場合は、ビアホール of 緻密化不足、またそれにより内部の導電層に亀裂が発生し、外観不良が生じる。 9.5% を超える場合は、窒化アルミニウム焼結体部分にクラックが発生する。

したがって、本発明では、導電層部分と窒化アルミニウム焼結体部分との収縮率の差の影響を解消するために、ビアホール形成用貫通孔だけではなく、電気的接続に利用しないダミービアホール形成用貫通孔を設けて、(X_v) と (X_s) を適宜に調整している。

なお、導電ペースト充填後のビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率 ($X_v, \%$) は、下記式により定義される。

$$X_v (\%) = (1 - R_a / R_b) \times 100$$

R_a は、窒化アルミニウム焼結体を鏡面加工した後の測定したビアホールの直径であり、 R_b は、ビアホール形成用貫通孔を形成するのに使用した金型の直径である。

また窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率 ($X_s, \%$) は、下記式により定義される。

$$X_s (\%) = (1 - L_a / L_b) \times 100$$

L_a は、焼成収縮率 (X_v) を求めるビアホール形成用貫通孔に由来して形成されたビアホールの周囲、即ち、後述するようなビアホール形成用貫通孔の中心から半径 5.0 mm 以内の部分に存在する、ダミービアホールや他のビアホールのうち、上記 X_v を求めるビアホールの少なくとも一部を挟んで対向する

最も離れた二つのビアホールの中心間距離である。この L_a は、窒化アルミニウム焼結体を鏡面加工した後に測定する。なお、ダミービアホールを1つしか形成しなかったり、あるいはダミービアホールや他のビアホールから選ばれるいずれの2つもが、 (X_v) を求めるビアホールを挟んで対向した位置関係にならない場合には、これらの他のビアホールやダミービアホールのうちの最も離れたものの中心と、 (X_v) を求めるビアホールの中心とを結ぶ延長線上の、前記ビアホールの周囲の外縁付近に当たる位置に、凹部やスルーホールを形成する等してマーキングし、前記中心間距離に相当する距離を求めればよい。

ビアホール形成用貫通孔が孤立性の高いものである場合、すなわち、ビアホール形成用貫通孔の周囲に、他のビアホール形成用貫通孔が密に存在しない場合には、ビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率 (X_v) と窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率 (X_s) とを調整するために、該孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲に、ダミービアホール形成用貫通孔を一個以上形成する。

ここで、ビアホール形成用貫通孔の周囲とは、窒化アルミニウム成形体において、該貫通孔の中心から半径5.0 mm以内の部分进行いう。貫通孔の中心から半径5.0 mmを超えた場所に、他のビアホール形成用貫通孔が形成されていても、ビアホール形成用貫通孔の焼結性にはほとんど影響しない。

また、ビアホール形成用貫通孔において、周囲に他のビアホール形成用貫通孔が密に存在しない状態、即ち、ビアホール形成用貫通孔の孤立性の高い状態とは、通常、上記貫通孔の周囲に存在する他のビアホール形成用貫通孔の総体積が、該周囲の体積に対して0.9%以下、さらに範囲を限定すれば0.5%以下である状態をいう。無論、孤立性の高いビアホール形成用貫通孔は、その周囲に、他のビアホール形成用貫通孔が全く存在していなくても良い。

なお、上記周囲の境界線上に跨って存在する他のビアホール形成用貫通孔に

おいては、該周囲内に含まれる部分のみの体積を対象にすればよい。

ビアホール形成用貫通孔の周囲に、上記形成量よりも更に密に他のビアホール形成用貫通孔が形成されるにつれて、焼結後のビアホールの緻密化不足は解消され、またそれにより亀裂発生などの外観不良の問題は解決される。

なお、本発明において、窒化アルミニウム成形体に形成させるビアホール形成用貫通孔のサイズは、特に限定されないが、通常は、直径が0.03～0.5mm、好適には、0.05～0.4mmであるのが好ましい。また、貫通孔の長さ／直径の比（長さ／直径）は40以下であるのが好ましい。

本発明の最大の特徴は、上記孤立性の高いビアホール形成用貫通孔を有する窒化アルミニウム成形体を用いて窒化アルミニウム焼結体基板を製造するに際して、該孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲に、焼成後の基板において、電氣的接続に利用されないダミービアホール形成用貫通孔を一個以上形成させる点にある。

このようにダミービアホール形成用貫通孔を形成させることにより、孤立性の高い状態であったビアホール形成用貫通孔は、その周囲に、ダミービアホール形成用貫通孔と他のビアホール形成用貫通孔とが密に存在したものになる。その結果、これらの貫通孔に導電ペーストを充填して焼成した窒化アルミニウム焼結体は、ビアホールの緻密化不足が大幅に改善され、前記外観不良の問題も大きく改善されたものになる。

ここで、孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲に形成するダミービアホール形成用貫通孔の形成量は、前記孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の中心から半径5.0mmの範囲内において、ダミービアホール形成用貫通孔と他のビアホール形成用貫通孔との合計体積が、上記範囲の体積に対して1～6%、好適には1.2～4%の範囲であるのが好ましい。かかる形成量でダミ

ービアホール形成用貫通孔を形成することにより、特に、ビアホールの緻密化不足により生じる亀裂発生などの外観不良、ビアホールの位置精度の低下、さらには、焼結体の反りや変形を良好に抑制することができる。

本発明において、ダミービアホール形成用貫通孔の形成箇所は、孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲であれば、特に制限はなく、窒化アルミニウム焼結体に施される半導体回路の電氣的接続に影響しない位置に適宜設ければ良い。ビアホール形成用貫通孔の周囲において、偏在しないように設けるのが好ましい。特に、ビアホール形成用貫通孔の周囲を四分割する各半径上には少なくとも、ダミービアホール形成用貫通孔及び他のビアホール形成用貫通孔のどちらかが形成されているのが好ましい。

なお、ダミービアホール形成用貫通孔のサイズ及び貫通孔の長さとの直径の比（長さ／直径）は、前記ビアホール形成用貫通孔のそれと同様の範囲から採択するのが好ましい。

本発明により製造される窒化アルミニウム焼結体は、これを半導体搭載用基板として用いる際には、方形等の形状をした複数の小チップに切り出されるのが一般的である。その場合、窒化アルミニウム焼結体の外縁や隣接する小チップ間の区画域は、切断などの機械加工により廃棄される。従って、本発明において、上記ダミービアホール形成用貫通孔は、前記孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲内に位置する窒化アルミニウム焼結体の上記廃棄域に形成させるのが好ましい。

窒化アルミニウム成形体がシート形状の場合、上記廃棄域は、シート外縁及び切り出す小チップの区画域として0.3～2mmの幅で形成されるのが一般的である。

このようにして窒化アルミニウム成形体にダミービアホール形成用貫通孔を

形成する方法を、従来における、窒化アルミニウム成形体に対して、ビアホール形成用貫通孔を形成した状態を示す図2、及び該図2の窒化アルミニウム成形体に対して、上記本発明に従ってダミービアホール形成用貫通孔を形成した状態を示す図1により具体的に説明する。図2において、窒化アルミニウム成形体1は、焼成されて窒化アルミニウム焼結体とされた後、区画線で示されているように多数の方形状の小チップが切り出されるものである。この窒化アルミニウム成形体1において、各小チップの区画内には、中央に、基板の両面間を電氣的に接続するために利用されるビアホール形成用貫通孔2が形成されている。そして、各々のビアホール形成用貫通孔2は、該貫通孔の中心から半径5.0mm以内（点線円内）には、他のビアホール形成用貫通孔は、前記した形成量の範囲内でしか存在しておらず、それぞれ孤立性が高いものである。このような窒化アルミニウム成形体1をそのまま焼成すると、得られる窒化アルミニウム焼結体は、前記したようにビアホールが緻密化不足になり易く、亀裂発生、ビアホールの位置精度の低下の問題が生じ易い。

これに対して、窒化アルミニウム成形体1に本発明の方法に従ってダミービアホール形成用貫通孔を形成させた状態が図1である。ビアホール形成用貫通孔2の周囲には、電氣的接続に利用されないダミービアホール形成用貫通孔3が形成されている。その形成量は、前記した値になる量であるのが好適である。また、このダミーのビアホール形成用貫通孔3は、窒化アルミニウム焼結体における廃棄域4に当たる箇所に形成されている。このようにダミービアホール形成用貫通孔を形成させて窒化アルミニウム成形体を焼成することにより、得られる窒化アルミニウム焼結体は、前記問題が大幅に改善されたものになる。

本発明において窒化アルミニウム成形体を構成する窒化アルミニウム粉末は特に限定されず、公知のものが使用できる。特に、沈降法で測定した平均粒径

が $5\mu\text{m}$ 以下の粉末が好適であり、 $3\mu\text{m}$ 以下の粉末がさらに好適であり、 $0.5\sim 2\mu\text{m}$ の範囲にある粉末が最も好適である。また、比表面積から算出した平均粒径 D_1 と沈降法で測定した平均粒径 D_2 とが下記式

$$0.2\mu\text{m}\leq D_1\leq 1.5\mu\text{m}$$

$$D_2/D_1\leq 2.60$$

を満足する窒化アルミニウム粉末は、焼成時における線収縮率を小さくすることができ焼結体の寸法安定性が向上するばかりでなく、導電ペーストの線収縮率に近づくため、窒化アルミニウム焼結体とビアホールに充填される導電層との密着強度を一層高めることができ好適である。

また、上記窒化アルミニウム粉末は、酸素含有量が 3.0 重量%以下、かつ窒化アルミニウム組成を A_1N とするとき含有する陽イオン不純物が 0.5 重量%以下、特に、酸素含有量が $0.4\sim 1.0$ 重量%の範囲であり、そして陽イオン不純物の含有量が 0.2 重量%以下でありかつ陽イオン不純物のうち Fe 、 Ca 、 Si 及び C の合計含有量が 0.17 重量%以下である窒化アルミニウム粉末が好適である。このような窒化アルミニウム粉末を用いた場合には、得られる窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率は、大きく向上する。

本発明において使用される焼結助剤は、公知のものが特に制限なく使用される。具体的には、アルカリ土類金属化合物、例えば酸化カルシウムなどの酸化物、イットリウムまたはランタニド元素よりなる化合物、例えば酸化イットリウムなどの酸化物等が好適に使用される。

また、本発明において使用される有機結合剤も公知のものが特に制限なく使用される。具体的には、ポリアクリル酸エステル、ポリメタクリル酸エステル等のアクリル樹脂、メチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ニトロセルロース、セルロースアセテートブチレート等のセルロース系樹脂、ポリビ

ニルブチラール、ポリビニルアルコール、ポリ塩化ビニル等のビニル基含有樹脂、ポリオレフィン等の炭化水素樹脂、ポリエチレンオキサイド等の含酸素樹脂などが一種または二種以上混合して使用される。この中でアクリル樹脂は、脱脂性が良好で、ビアホールに充填される導電層の抵抗が低減できるため、好適に使用される。その他、溶媒、分散剤、可塑剤等、他の成分も公知のものが特に制限なく使用される。

本発明において、窒化アルミニウム成形体を構成する上記各成分の割合は、公知の配合割合が特に制限なく採用される。例えば、窒化アルミニウム粉末 100 重量部に対して焼結助剤 0.01～10 重量部、有機結合剤 0.1～30 重量部が好適である。特に、焼結助剤を 2～7 重量部の割合で配合することは高熱伝導化に有利である。

また、これら各成分により構成される窒化アルミニウム成形体を作製する方法は特に限定されないが、一般的には、上記成形材料を金型に充填し、いわゆるプレス体として加圧成形、あるいは、ドクターブレード方式によりグリーンシートとして成形される。このグリーンシートは、単独で用いても良いし、複数枚積層して用いても良い。

本発明において、窒化アルミニウム成形体に、ビアホール形成用貫通孔及びダミービアホール形成用貫通孔を形成する方法は、特に限定されず、一般的に用いられているパンチング加工、ドリル加工、レーザー加工等が特に限定なく採用される。

このようにして形成されたビアホール形成用貫通孔及びダミービアホール形成用貫通孔へ充填する導電ペーストは、高融点金属粉末と有機ビヒクルとが混合されてペースト化されたものが使用される。

高融点金属粉末は、窒化アルミニウムの焼結温度より高い融点を有するもの

であれば特に制限なく使用される。具体的には、タングステン、モリブデン等の金属が好適に使用される。一般に好適に用いられる高融点金属粉末としては、フィッシャー法で測定した平均粒径が $1 \sim 2.5 \mu\text{m}$ であり、最も好適には、平均粒径 $1.6 \sim 2 \mu\text{m}$ の範囲のものが、焼成後のビアホールの亀裂発生防止には効果的である。

高融点金属粉末をペースト化するための有機ビヒクル成分は、特に限定されず公知のものが使用できる。一般に、有機ビヒクル成分としては、バインダー、溶媒からなり、更に、可塑剤や分散剤が添加されることがある。該バインダー成分としては、特に限定されず、ポリアクリル酸エステル、ポリメタクリル酸エステル等のアクリル系樹脂、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ニトロセルロース、セルロースアセテートブチレート等のセルロース系樹脂、ポリビニルブチラール、ポリビニルアルコール、ポリ塩化ビニル等のビニル基含有樹脂、ポリオレフィン等の炭化水素樹脂、ポリエチレンオキサイド等の有機結合剤が好適に使用される。

また、溶媒成分も、メタライズ組成物のペースト化用途として広く知られているものが制限なく使用される。特に、フタル酸-ジ-n-ブチル、ジエチレングリコールモノ-n-ヘキシルエーテル、酢酸2-(2-ブトキシエトキシ)エチル、テルピネオール等の有機溶剤が好適に使用される。

これらの有機ビヒクル成分の配合量は、一般に、高融点金属粉末100重量部に対して、2~9重量部であるのが好ましい。有機ビヒクルの割合が2重量部より少ない場合は、無機物粉末が十分に分散されずペースト状にし難いため、充填性が低下する。また、有機ビヒクルの割合が9重量部より多い場合は、導電ペースト中の無機物濃度が相対的に低くなり、ビアホールの緻密化不足が起こり易くなるため、好ましくない。

また、本発明において、導電ペーストには、窒化アルミニウム粉末が含有されるのが好適である。窒化アルミニウム粉末は、高融点金属の焼結性を向上させ、窒化アルミニウム焼結体への密着性を向上させるのに効果がある。また、導電ペースト中に窒化アルミニウム粉末が存在することにより、窒化アルミニウム部分と導電層部分との収縮率の差が減少し、焼結体の寸法安定性が向上し、本発明の目的がさらに良好に達成される。

ここで、窒化アルミニウム粉末は、公知のものが特に制限なく使用される。特に、前記した窒化アルミニウム成形体において好適に使用される性状の窒化アルミニウム粉末は、高融点金属との焼結性が良く、導電層の密着性を向上させるのに効果がある。窒化アルミニウム粉末の配合量は、一般に、高融点金属粉末100重量部に対して、2～10重量部、より好適には3～7重量部であるのが好ましい。

上記導電ペーストの組成において、窒化アルミニウムの割合が2重量部より少ない場合は、導電層と窒化アルミニウム焼結体との密着強度が低くなったり、窒化アルミニウム焼結体部分と導電層部分の収縮率の差が増加することにより、接合界面に空隙が生じるおそれが高まる。また、窒化アルミニウムの割合が10重量部より多い場合は、導電ペーストの粘度が高くなり充填性が悪化し、その結果、導電層内に発生した空隙により導電層と窒化アルミニウム焼結体との密着強度が低くなったり、導電層表面に窒化アルミニウムによる変色が発生し易くなり、ビアホールの電気抵抗値が上昇するおそれがある。さらに、上記の如く接合界面や導電層内に空隙が生じた場合には、薄膜形成工程において、該空隙内に、ガスまたは液体がトラップされ、その膨張により膜に剥がれが生じたり、焼結体表面に汚れが付着することによる膜の密着強度の低下が生じ易くなる。

これらの原料を混合、分散してペースト状にする方法は特に限定されないが、通常3本ロールミル等が好適に使用される。到達粘度は、一般的には、 25°C / 5 rpm で、 $100\sim30000$ ポイズ (poise) であるのが好ましい。

ビアホール形成用貫通孔及びダミービアホール形成用貫通孔に導電ペーストを充填する方法は、印刷法、圧入法等の公知の方法が制限なく採用される。貫通孔の長さ／直径の比 (長さ／直径) が2.5より大きい場合は、圧入法が好適に使用される。

以上により得られる、ビアホール形成用貫通孔及びダミービアホール形成用貫通孔に導電ペーストが充填された窒化アルミニウム成形体の焼成は、公知の方法が特に制限なく採用できる。焼成は、焼成の前に予備焼成として脱脂を行うのが好ましい。

脱脂方法は、一般的に行われている方法が制限なく採用される。脱脂の雰囲気としては、高融点金属を酸化させるおそれのある大気等の酸化性雰囲気を除けば、特に限定されない。具体的には、窒素、アルゴン、ヘリウム等の不活性ガス雰囲気、水素等の還元性ガス雰囲気、それらの混合ガス雰囲気、それらの加湿ガス雰囲気、真空などが好適に使用される。

また、上記の脱脂温度は、適宜選択されるが通常 $500\sim1200^{\circ}\text{C}$ 、好ましくは、 $700\sim900^{\circ}\text{C}$ の温度が採用される。また、かかる温度への昇温速度は、特に限定されるものでないが、一般的に $10^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下が好ましい。

さらに、脱脂時間は、脱脂後の窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率が、 $800\sim3000\text{ ppm}$ の範囲となる時間を設定すればよい。かかる時間は、成形体の厚み、成形体密度、ビアホールおよびダミービアホールの占める割合、脱脂温度等により多少異なるため、一概に特定することはできないが、一般に $1\sim600$ 分の範囲で決定される。

窒化アルミニウム焼結体の緻密化を十分に進めるためには、脱脂後の窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率は、700ppm以下であるのが一般的であるが、高熱伝導度の窒化アルミニウム焼結体を得る目的からは、800～3000ppm、好ましくは、1200～2500ppmの範囲となるように脱脂することが必要である。

即ち、残留炭素率が800ppmに満たない場合、窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率を十分に高くできなくなる。また、残留炭素率が3000ppmを超えた場合、高融点金属粉の焼結性が低下し、ビアホールの緻密化が十分に進み難くなるため、亀裂発生、ビアホールの位置精度の低下などの問題が発生し易くなる。また、窒化アルミニウム焼結体部分にクラックが発生したり、窒化アルミニウム焼結体の反りが大きくなり、本発明の目的が十分に達成し難くなる。

本発明において焼成は、公知の方法が特に制限なく採用される。一般には、非酸化性または還元性雰囲気中で焼成する。非酸化性雰囲気としては例えば、窒素、アルゴン、ヘリウム等のガスの単独或いは混合ガスよりなる雰囲気又は真空（又は減圧）雰囲気が使用される。また、還元性ガス雰囲気としては、水素や水素と不活性ガスの混合雰囲気が使われ、十分に乾燥したものをを用いるのが好ましい。焼成温度条件は、特に限定されないが、1400～2000℃であるのが一般的である。昇温速度は1～40℃/minであり、上記から採択される焼成温度での保持時間は、1分～20時間であるのが一般的である。

前記、窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率が800～3000ppmの範囲内に脱脂された窒化アルミニウム成形体（以下、「脱脂体」という）は、高熱伝導度を有する窒化アルミニウム焼結体を得る目的から、1200～1700℃、好ましくは、1500～1650℃の温度で焼成し、次いで1800～

1950℃、好ましくは、1820～1900℃の温度で焼成するのが望ましい。一般には、高い残留炭素率を有するように脱脂すると、得られる窒化アルミニウム焼結体は、上記の如く高熱伝導度を有するものになる反面、ピアホールの緻密化不足、亀裂発生などの外観不良の問題が発生し易くなる。しかし、上記のような2段加熱を行うことで、このような問題を解消できる。

ここで、一段目の焼成温度が1200℃に満たない場合、脱脂体に残留させた炭素による窒化アルミニウム中の酸素の還元除去反応が進み難くなり、窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率を十分に高くできなくなる。一方、一段目の焼成温度が1700℃を越えた場合、残留炭素による窒化アルミニウム中の酸素の還元除去反応が十分進行する前に窒化アルミニウムの焼結が進行してしまい、結果的に酸素が窒化アルミニウム中に拡散固溶し、窒化アルミニウム焼結体の高熱伝導化が阻害される。

なお、一段目の焼成温度が1500～1650℃の場合、酸素の還元除去反応が特に効果的に進むため、焼結体の熱伝導率を高められて好ましい。また、二段目の焼成温度が1800℃に満たない場合、窒化アルミニウムを十分に焼結することができず、窒化アルミニウム焼結体の熱伝導率を十分に高くできなくなる。

また、二段目の焼成温度が1950℃を越えた場合、ピアホールと窒化アルミニウム焼結体との密着強度が低下するだけでなく、焼結体の反りや変形などの不具合も発生し易くなる。

上記二段焼成を行う場合において、各焼成温度での保持時間は、特に限定されないが、一段目は30分～10時間、二段目は1分～20時間の範囲に設定するのが好ましい。さらに、一段目および二段目の焼成は、途中で降温せずに1回の焼成で行っても良いし、一段目と二段目の間で降温し、2回の焼成に分

けても良い。ただし、時間およびエネルギー効率を考えると途中で降温せずに1回の焼成で行う方が好ましい。

本発明を適用するのが最も好適な実施態様は、導電ペーストとして、高融点金属100重量部、窒化アルミニウム粉末2～10重量部、及び有機ビヒクル2～9重量部からなる組成物を使用し、窒化アルミニウム成形体を、窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率が800～3000ppmの範囲になるように脱脂した後、1200～1700℃の温度で焼成し、次いで1800～1950℃の温度で焼成する方法により実施する場合である。

上記のような2段加熱を採用した同時焼成法によれば、従来法では25℃で170W/m・K程度を有する窒化アルミニウム焼結体基板しか得られていなかったのに対して、190W/m・K以上の高い熱伝導率を有する焼結体基板を製造することが可能である(特開2000-290748号)。しかしながら、その反面、前記したように残留炭素率が特定の高い範囲にあることに起因して、得られる焼結体基板は、ビアホールの緻密化不足による亀裂発生などの外観不良の問題が特に激しく生じるようになる。ところが、このような2段加熱を採用した場合であっても、本発明のように所定要件を充足するようにダミービアホール形成用貫通孔を設けておくと、極めて高い熱伝導率を有しながら、ビアホールの緻密化不足による亀裂発生などの外観不良、ビアホールの位置精度の低下、反りや変形などの不具合などの問題も生じない窒化アルミニウム焼結体を製造することが可能になる。

本発明により得られるビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体は、通常、表面に薄膜などのメタライズを施して使用される。例えば、表面に薄膜を形成する場合は、薄膜と焼結体との密着強度を上げるために焼結体表面の研磨を行うことが好ましい。一般的には、研磨後の窒化アルミニウム焼結体部分

の表面粗さが、 $Ra\ 1.0\ \mu m$ 以下、より好ましくは、 $Ra\ 0.1\ \mu m$ 以下になるように研磨を行うことが望ましい。

また、薄膜を形成する方法は、公知の方法が制限なく使用でき、具体的にはスパッタ法、蒸着法、溶射法、スピコートやディップ方式を使用したゾルゲルコーティング法などが好適に使用される。薄膜の材料としては、Ti、Zr、Pd、Pt、Au、Cu、Niなど回路用の一般的な導体金属、TaNなどの抵抗体、また、Pb-Sn、Au-Sn、Au-Geなどの半田、あるいは、窒化アルミニウム薄膜やムライト組成薄膜（複合酸化膜を含む）などを適用することができる。

さらに、形成された薄膜は、所望の形状にパターニングすることができ、メタルマスク法、湿式エッチング法、リフトオフ法、ドライエッチングなど公知の技術が、特に制限なく採用できる。本発明において、ダミービアホール形成用貫通孔を焼結して得られたダミービアホールは、上記薄膜パターンと接触しない箇所に形成されており、相対する二面間の電氣的接続には利用されない。

このようにしてメタライズが施された窒化アルミニウム焼結体は、次いで、研削、切断などの機械加工により、廃棄域の除去、小チップへの分割、その他の成形加工等が行われる。その際、ダミービアホールが該廃棄域に形成されている場合、上記加工により基板から除くことができるため好ましい。

発明の効果

以上の説明より理解されるように、本発明によれば、同時焼成法によりビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体を製造する方法において、ビアホール形成用貫通孔に孤立性の高いものがある場合でも、緻密化不足による導電層への亀裂発生などの外観不良、ビアホールの位置精度の低下などの不具合を

良好に抑えることができる。従って、歩留り良く、上記窒化アルミニウム焼結体を得ることができ、その工業的価値は大きい。

本発明によって得られるビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体は、表面に薄膜メタライズを形成することにより、レーザーダイオードのサブマウントやチップキャリア、およびヒートシンク、ICパッケージなどの電子・半導体機器部品に好適に利用され得る。

実施例

以下、実施例によって本発明を具体的に例示するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

尚、実施例、比較例において、各種物性は以下の方法により測定した。

1) 窒化アルミニウム成形体の残留炭素率

非分散型赤外吸収法炭素分析装置 (EMI A-110、(株)堀場製作所製) により分析した。

2) 窒化アルミニウム粉末の平均粒径

比表面積から算出した平均粒径 D_1 は、下記式により算出した。

$$D_1 (\mu m) = 6 / (S \times 3.26)$$

$$[S : \text{AlN 粉末比表面積 (m}^2/\text{g)}]$$

また、沈降法による平均粒径 D_2 は、(株)堀場製作所製遠心式粒度分布測定装置 CAPA 5000 で測定した。

3) 「 $(X_v) - (X_s)$ 」

3-1) ビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率 (X_v 、%)

窒化アルミニウム焼結体に鏡面加工を施した後、ビアホールの直径 R_a を任意に5箇所計測した平均値を用い、下記式により算出した。

$$X_v (\%) = (1 - R_a / R_b) \times 100$$

R a は、窒化アルミニウム焼結体を鏡面加工した後測定した5つのビアホール
の平均直径であり、R b は、ビアホール形成用貫通孔を形成するのに使用し
た金型の直径である。

3-2) 窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率 (X s、%)

窒化アルミニウム成形体の上記 (X v) の測定に選定した5つのビアホール
形成用貫通孔について、その中心から半径5.0 mm 以内の部分に存在する他の
ビアホール形成用貫通孔やダミービアホール形成用貫通孔のうち、上記ビアホ
ール形成用貫通孔の少なくとも一部を挟んで対向する最も離れた位置関係にあ
る二つのビアホールの中心間距離を、メジャースコープにて各測定し、その平
均値をL b として求めた。また、窒化アルミニウム成形体の焼結体について、
鏡面加工を施した後に、上記L b を求めるのに測定した各ビアホール形成用貫
通孔やダミービアホール形成用貫通孔に由来して形成された二つのビアホール
の中心間距離を各測定し、その平均値をL a として求めた。

このようにして求めたL a とL b を用いて下記式により算出した。

$$X s (\%) = (1 - L a / L b) \times 100$$

4) ビアホールにおける導電層への亀裂発生率

窒化アルミニウム焼結体に鏡面加工を施した後、金属顕微鏡 (×400) に
より観察し、長さが12.5 μm 以上の亀裂が発生しているビアホールの数を
計測し、亀裂発生率を算出した。

5) 表面に形成した金属薄膜の耐熱性

窒化アルミニウム焼結体に鏡面加工を施した後、 10^{-3} Torr の高真空中
にて、該加工面上に、Ti 0.06 μm、Pt 0.2 μm、Au 0.6 μm の
順にスパッタを行い金属薄膜を形成し、次いで、大気中450℃×5分間放置
した。放置後、窒化アルミニウム焼結体の外観を、目視及び実体顕微鏡 (×4

0) により観察し、下記の判断基準により評価した。

○：変色及び膨れのいずれもなし

×：変色及び膨れの少なくとも一方が発生

6) ビアホール／金属薄膜間の密着強度

金属薄膜を形成した窒化アルミニウム焼結体上に、ビアホールを覆うように半田プリフォームを置き、Niメッキを施したピンを230℃ホットプレート上にて垂直に半田付けした。ピンは、先端が平坦で、ピン径 $\phi 0.95\text{ mm}$ 、42-アロイ製であり、半田は、スズ60質量%、鉛40質量%の組成のものである。これを、東洋精機製作所製ストログラフM2にセットし、ピンを垂直方向に引っ張った際の破壊強度を測定した。引っ張り速度は、10 mm/分とした。また、剥離界面の位置（剥離モード）を、試験後のピンおよび焼結体の破壊面を、実体顕微鏡（ $\times 40$ ）、金属顕微鏡（ $\times 400$ ）およびX線マイクロアナライザーにより観察することにより調べた。

7) ビアホールの電気抵抗

窒化アルミニウム焼結体に鏡面加工を施した後、該焼結体を切断した。さらに該焼結体を小チップへ分割した後、ビアホールの電気抵抗値を測定した。

8) 窒化アルミニウム焼結体の反り

（株）ミットヨ製定盤付きマイクロメーターにより測定した。

実施例 1

沈降法による平均粒径が $1.50\text{ }\mu\text{ m}$ で、比表面積が $2.50\text{ m}^2/\text{ g}$ （比表面積から算出された平均粒径が $0.74\text{ }\mu\text{ m}$ ）で、表1に示す組成

表 1

A l N 粉末分析値

A l N 含有量	9 7.8 %	
元素	含有量	
C a	1 0 5	p p m
S i	6 3	p p m
F e	1 2	p p m
T i	1 6	p p m
V	0.8	p p m
O	0.8 0	%
C	0.0 3	%

の窒化アルミニウム粉 1 0 0 重量部、イットリア 5 重量部、分散剤として n - ブチルメタクリレート 2 重量部、有機結合剤としてポリブチルアクリレート 1 1 重量部、可塑剤としてジオクチルフタレート 7 重量部、トルエン、イソプロピルアルコール混合溶媒 5 0 重量部を秤量し、これらをボールミルポットに投入し、ナイロンボールを使用して、十分混合した。こうして得られたスラリーを脱泡装置にかけ、粘度を 2 0 0 0 0 c p s とした後、ドクターブレード方式のシート成形機を用いてポリプロピレンフィルム上にシート状に成形し、厚さ約 0. 5 0 mm の窒化アルミニウムグリーンシートを作製した。

上記窒化アルミニウムグリーンシートを 6 5 × 6 5 mm に切断した。続いて、この窒化アルミニウムグリーンシートを 3 枚積層した。積層圧力は、5 0 k g f / c m ²、積層温度 8 0 ℃、積層時間は 1 5 分であった。なお、この積層グリーンシートは、窒化アルミニウム焼結体とした際には、図 2 の概略図に示さ

れるように95個の方形状の小チップを切り出すことが予定されたものであった。

次に、この積層グリーンシート65×65mmを、 $\phi 0.28$ mmのパンチング用金型にて、X方向に10.0mmピッチで5個、Y方向に2.5mmピッチで19個打抜きビアホール形成用貫通孔を、前記切り出し予定の各小チップの中央部に形成した。各ビアホール形成用貫通孔において、その中心から半径5.0mmの周囲（点線円内）に存在する他のビアホール形成用貫通孔の総体積は、上記周囲の体積に対して0.4%であった（以下、この値を「ビアホール形成用貫通孔の孤立性」という）。

さらに、これらビアホール形成用貫通孔の上記周囲に、 $\phi 0.36$ mmのパンチング用金型にて、ダミービアホール形成用貫通孔を計630個作製した。なお、このダミービアホール形成用貫通孔は、いずれもシート外縁や隣接する小チップ間の区画域に位置する廃棄域4の部分に設けた。各ビアホール形成用貫通孔において、上記周囲に形成される、ダミービアホール形成用貫通孔の総体積と他のビアホール形成用貫通孔の総体積との合計体積は、上記周囲の体積に対して2.7%であった（以下、この値を「ビアホール貫通孔+ダミービアホール貫通孔の形成量」という）。

次に、フィッシャー法測定による平均粒径1.8 μ mのタングステン粉末100重量部に対して、上記窒化アルミニウム粉末5重量部、有機結合剤としてエチルセルロース1.5重量部、溶媒として酢酸2-(2-ブトキシエトキシ)エチル5.0重量部、その他可塑剤、分散剤を自動乳鉢、続いて3本ロールミルで十分に混練して導電ペーストを製造した。そして、この導電ペーストを、圧入法により積層グリーンシートのビアホール形成用貫通孔及びダミービアホール形成用貫通孔内に充填した。充填圧力は、80psi、充填時間は、31

0秒であった。

このようにして作製した窒化アルミニウム成形体を、乾燥窒素ガスを25L／分流通させながら900℃で2時間加熱脱脂を行った。昇温速度は2.5℃／分であった。同時に加熱脱脂したテストサンプルの窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率を調べたところ、1850ppmであった。脱脂後、前記脱脂体を窒化アルミニウム製の容器に入れ、窒素雰囲気中1580℃で6時間加熱し（1段目焼成）、さらに1870℃で10時間加熱し（2段目焼成）、窒化アルミニウム焼結体を得た。

得られた窒化アルミニウム焼結体の物性を表4に示した。

なお、該窒化アルミニウム焼結体から、前記廃棄域4を切り捨てることにより、ダミービアホールが存在しない小チップを切り出すことができた。

実施例2～5、比較例1～3

実施例1において、ビアホール形成用貫通孔あるいはダミービアホール形成用貫通孔を打抜く際の直径、ピッチおよび打抜き総数を変更することで、ビアホール形成用貫通孔の孤立性、及びダミービアホール形成用貫通孔の形成量を、表2に示すように変更した以外は、実施例1と同様にした。

得られた各窒化アルミニウム焼結体の物性を表4に示した。

実施例6～8

実施例1において、表2に示す導電ペーストにおける窒化アルミニウム粉末の添加量を変更した以外は、実施例1と同様にした。

得られた各窒化アルミニウム焼結体の各物性を表4に示した。

実施例9～11

実施例1において、表2及び表3に示す導電ペーストにおける有機ビヒクルの添加量を変更した以外は、実施例1と同様にした。

得られた各窒化アルミニウム焼結体の物性を表4及び表5に示した。

実施例 1 2

実施例1で作製した窒化アルミニウム成形体を、乾燥窒素／水素の混合ガスを30L／分流通させながら900℃、2時間加熱脱脂を行った。昇温速度は2.5℃／分であった。同時に加熱脱脂した窒化アルミニウム成形体中のテストサンプルの残留炭素率を調べたところ、810ppmであった。脱脂後、前記脱脂体を窒化アルミニウム製の容器に入れ、窒素雰囲気中1580℃で6時間加熱し（1段目焼成）、さらに1870℃で10時間加熱し（2段目焼成）、窒化アルミニウム焼結体を得た。

得られた窒化アルミニウム焼結体の物性を表5に示した。

実施例 1 3

実施例1で作製した窒化アルミニウム成形体を、乾燥窒素ガスを37L／分流通させながら900℃、2時間加熱脱脂を行った。昇温速度は2.5℃／分であった。同時に加熱脱脂したテストサンプルの窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率を調べたところ、1300ppmであった。

脱脂後、前記脱脂体を窒化アルミニウム製の容器に入れ、窒素雰囲気中1580℃で6時間加熱し（1段目焼成）、さらに1870℃で10時間加熱し（2段目焼成）、窒化アルミニウム焼結体を得た。

得られた窒化アルミニウム焼結体の物性を表5に示した。

実施例 1 4

実施例1で作製した窒化アルミニウム成形体を、乾燥窒素ガスを30L／分流通させながら900℃、2時間加熱脱脂を行った。昇温速度は2.5℃／分であった。同時に加熱脱脂したテストサンプルの窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率を調べたところ、2210ppmであった。脱脂後、前記脱脂体を窒

化アルミニウム製の容器に入れ、窒素雰囲気中1580℃で6時間加熱し（1段目焼成）、さらに1870℃で10時間加熱し（2段目焼成）、窒化アルミニウム焼結体を得た。

得られた窒化アルミニウム焼結体の物性を表5に示した。

実施例15

実施例1で作製した窒化アルミニウム成形体を、乾燥窒素ガスを18L/分流通させながら900℃、2時間加熱脱脂を行った。昇温速度は2.5℃/分であった。同時に加熱脱脂したテストサンプルの窒化アルミニウム成形体中の残留炭素率を調べたところ、2760ppmであった。

脱脂後、前記脱脂体を窒化アルミニウム製の容器に入れ、窒素雰囲気中1580℃で6時間加熱し（1段目焼成）、さらに1870℃で10時間加熱し（2段目焼成）、窒化アルミニウム焼結体を得た。

得られた窒化アルミニウム焼結体の物性を表5に示した。

実施例16～18

実施例1において表4に示す1段目の焼成温度を変更した以外は、実施例1と同様にした。

得られた各窒化アルミニウム焼結体の物性を表5に示した。

実施例19～21

実施例1において表4に示す2段目の焼成温度を変更した以外は、実施例1と同様にした。

得られた各窒化アルミニウム焼結体の物性を表5に示した。

表 2

	ビアホール形成 用貫通孔の 孤立性 (容量%)	ビアホール貫通孔+ ダミービアホール貫通 孔の形成量 (容量%)	AlN 添加量 (重量部)	有機 ビヒクル量 (重量部)	残留炭素率 (ppm)	焼成温度 (℃) 1 段目	焼成温度 (℃) 2 段目
実施例1	0.4	2.7	5.0	7.0	1850	1580	1870
比較例1	0.4	0.4	5.0	7.0	1130	1580	1870
実施例2	0.4	1.2	5.0	7.0	1320	1580	1870
実施例3	0.4	5.9	5.0	7.0	2800	1580	1870
実施例4	0.2	3.4	5.0	7.0	2210	1580	1870
比較例2	0.2	0.2	5.0	7.0	1050	1580	1870
実施例5	0.8	4.0	5.0	7.0	2760	1580	1870
比較例3	0.8	0.8	5.0	7.0	1250	1580	1870
実施例6	0.4	2.7	2.5	7.0	1900	1580	1870
実施例7	0.4	2.7	6.5	7.0	1800	1580	1870
実施例8	0.4	2.7	8.5	7.0	1700	1580	1870
実施例9	0.4	2.7	5.0	2.5	1780	1580	1870
実施例10	0.4	2.7	5.0	4.5	1800	1580	1870

表 3

	ビニール形成 用貫通孔の 孤立性 (容量%)	ビニール貫通孔+ ガミビニール貫通 孔の形成量 (容量%)	AIN 添加量 (重量部)	有機 ビニール量 (重量部)	残留炭素率 (ppm)	焼成温度 (℃) 1段目	焼成温度 (℃) 2段目
実施例11	0.4	2.7	5.0	8.0	1950	1580	1870
実施例12	0.4	2.7	5.0	7.0	810	1580	1870
実施例13	0.4	2.7	5.0	7.0	1300	1580	1870
実施例14	0.4	2.7	5.0	7.0	2210	1580	1870
実施例15	0.4	2.7	5.0	7.0	2760	1580	1870
実施例16	0.4	2.7	5.0	7.0	1850	1250	1870
実施例17	0.4	2.7	5.0	7.0	1850	1500	1870
実施例18	0.4	2.7	5.0	7.0	1850	1650	1870
実施例19	0.4	2.7	5.0	7.0	1850	1580	1820
実施例20	0.4	2.7	5.0	7.0	1850	1580	1900
実施例21	0.4	2.7	5.0	7.0	1850	1580	1930

表 4

	焼結体の反り (μm)	焼結体の熱伝導率 (W/mK)	窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率 (%)	ビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率 (%)	亀裂発生率 (%)	ビアホール／金属薄膜間の密着強度 (kg/mm^2)	剥離モード	ビアホールの電気抵抗 ($\text{m}\Omega$)	耐熱性
実施例1	49	215	18.0	21.0	0	12.6	半田内	1.0	○
比較例1	10	205	18.0	11.2	100	1.2	ビア／膜	0.5	×
実施例2	20	208	17.9	21.7	0	12.5	半田内	0.5	○
実施例3	65	216	18.1	20.0	0	11.4	半田内	1.9	○
実施例4	43	215	17.9	20.6	0	11.6	半田内	1.3	○
比較例2	8	201	18.1	9.5	100	1.0	ビア／膜	0.4	×
実施例5	61	215	18.1	20.2	0	12.4	半田内	1.8	○
比較例3	13	203	18.0	11.5	100	2.4	ビア／膜	0.6	×
実施例6	48	215	17.8	20.9	0	9.4	半田内	1.1	○
実施例7	46	212	17.9	21.0	0	12.7	半田内	1.6	○
実施例8	40	209	18.0	20.9	0	13.0	半田内	2.2	○
実施例9	42	210	18.0	21.3	0	12.1	半田内	2.3	○
実施例10	44	213	17.8	21.2	0	12.5	半田内	2.3	○

表 5

	焼結体の反り (μm)	焼結体の熱伝導率 (W/mK)	窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率 (%)	ビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率 (%)	亀裂発生率 (%)	ビアホール／金属薄膜間の密着強度 (kg/mm^2)	剥離モード	ビアホールの電気抵抗 ($\text{m}\Omega$)	耐熱性
実施例11	45	214	17.9	20.9	0	12.5	半田内	2.5	○
実施例12	19	198	18.2	22.5	0	12.5	半田内	0.4	○
実施例13	26	205	17.9	22.1	0	13.7	半田内	0.5	○
実施例14	38	207	18.0	20.5	0	12.4	半田内	1.3	○
実施例15	72	215	17.9	20.3	0	12.7	半田内	1.9	○
実施例16	40	212	18.1	21.0	0	11.5	半田内	2.8	○
実施例17	39	213	18.1	21.1	0	11.4	半田内	1.2	○
実施例18	42	210	18.4	21.2	0	12.1	半田内	1.0	○
実施例19	45	212	18.1	21.5	0	12.0	半田内	0.8	○
実施例20	41	212	17.8	21.1	0	12.5	半田内	1.2	○
実施例21	46	214	17.9	21.1	0	11.7	半田内	0.9	○
実施例22	52	215	18.0	21.4	0	11.8	半田内	0.8	○

請求の範囲

1. ビアホール形成用貫通孔と電氣的接続に利用しないダミービアホール形成用貫通孔とを有する窒化アルミニウム成形体を、該ビアホール形成用貫通孔およびダミービアホール形成用貫通孔に導電ペーストを充填した後焼成して、ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体を製造する方法であって、

導電ペースト充填後のビアホール形成用貫通孔の焼成収縮率 (X_v 、%) と、窒化アルミニウム成形体の焼成収縮率 (X_s 、%) との差 ($X_v - X_s$) が、
1. 0 ~ 9. 5 % となるように、窒化アルミニウム成形体に、該ビアホール形成用貫通孔およびダミービアホール形成用貫通孔を設けることを特徴とするビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

2. ビアホール形成用貫通孔と電氣的接続に利用しないダミービアホール形成用貫通孔とを有する窒化アルミニウム成形体を、該ビアホール形成用貫通孔およびダミービアホール形成用貫通孔に導電ペーストを充填した後焼成して、ビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体を製造する方法であって、

該ビアホール形成用貫通孔の少なくとも一個が、その周囲に他のビアホール形成用貫通孔が密に存在しない孤立性の高いものであり、該孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の周囲に、ダミービアホール形成用貫通孔を一個以上形成することを特徴とするビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

3. 孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の中心から半径 5. 0 mm の範囲内において、

該範囲内に存在する他のビアホール形成用貫通孔の体積の合計体積が、該範囲内の全体積に対して、0.9%以下のものである請求項2記載のビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

4. 孤立性の高いビアホール形成用貫通孔の中心から半径5.0mmの範囲内において、

ダミービアホール形成用貫通孔および他のビアホール形成用貫通孔の合計体積が、該範囲内の全体積に対して、1～6%になるように各貫通孔を形成させる請求項3記載のビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

5. ダミービアホール形成用貫通孔の形成箇所が、窒化アルミニウム焼結体における廃棄域である請求項1～4のいずれかに記載のビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

6. 焼成後に、窒化アルミニウム焼結体における廃棄域を切断、除去する請求項5に記載のビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

7. 導電ペーストとして、高融点金属100重量部、窒化アルミニウム粉末2～10重量部、及び有機ビヒクル2～9重量部からなる組成物を使用する請求項1～6のいずれかに記載のビアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

8. ビアホール形成用貫通孔およびダミービアホール形成用貫通孔に導電ペーストを充填した窒化アルミニウム成形体を、該窒化アルミニウム成形体中の

残留炭素率が800～3000 ppmの範囲になるように脱脂した後、1200～1700℃の温度で焼成し、次いで1800～1950℃の温度で焼成することを特徴とする請求項7記載のピアホールが形成された窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

1/1

図 1

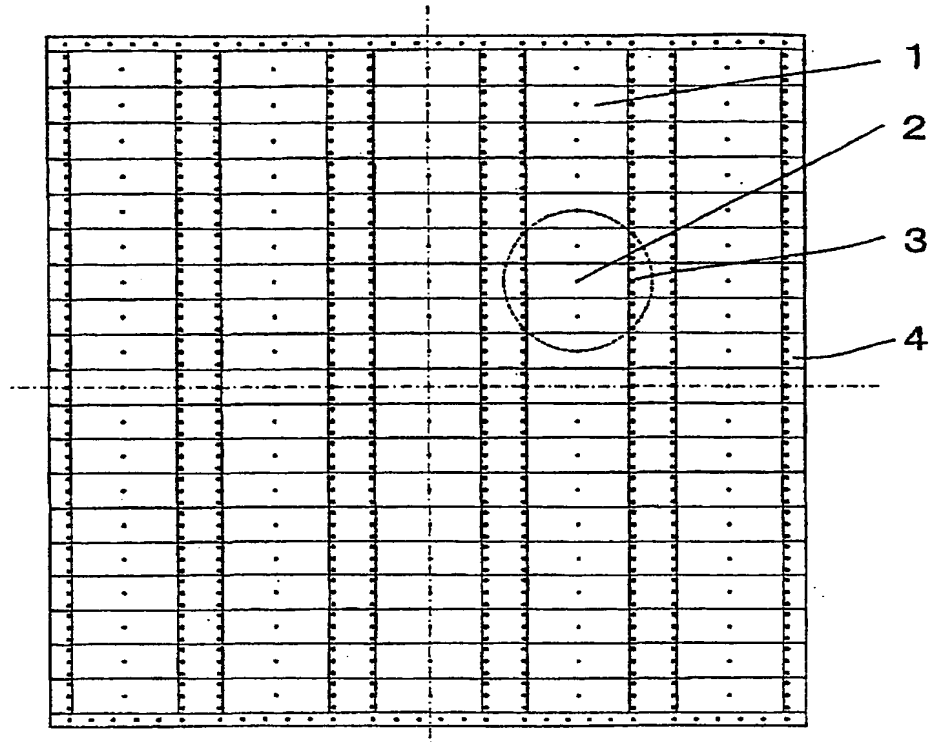
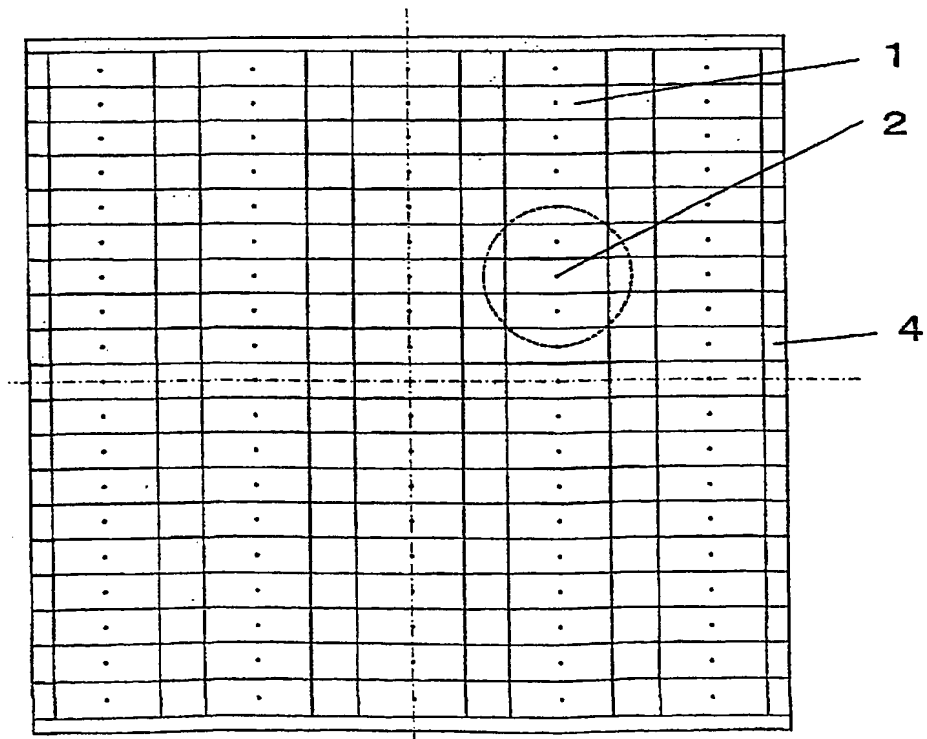


図 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/04617

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ C04B35/581, H05K3/40

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C04B35/581~35/582, 35/64, H05K3/40, 3/46, H01L23/12

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2001	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 10-107437, A (Kyocera Corporation), 24 April, 1998 (24.04.98), Claim 1; Par. No. [0019] (Family: none)	1-8
Y	JP, 8-88453, A (Toshiba Corporation), 02 April, 1996 (02.04.96), Par. Nos. [0018] to [0026] (Family: none)	1-8
A	JP, 11-31881, A (Sumitomo Metal (SMI) Electronics Devices Inc.), 02 February, 1999 (02.02.99), Figs. 3, 5 (Family: none)	1-8
A	JP, 8-88451, A (Toshiba Corporation), 02 April, 1996 (02.04.96), Par. No. [0004] (Family: none)	1-8

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
 "A" document defining the general state of the art which is not
 considered to be of particular relevance
 "E" earlier document but published on or after the international filing
 date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is
 cited to establish the publication date of another citation or other
 special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other
 means
 "P" document published prior to the international filing date but later
 than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or
 priority date and not in conflict with the application but cited to
 understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be
 considered novel or cannot be considered to involve an inventive
 step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be
 considered to involve an inventive step when the document is
 combined with one or more other such documents, such
 combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
18 June, 2001 (18.06.01)

Date of mailing of the international search report
26 June, 2001 (26.06.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
Int.Cl⁷ C04B35/581, H05K3/40

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl⁷ C04B35/581~35/582, 35/64
H05K3/40, 3/46
H01L23/12

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2001年
日本国登録実用新案公報 1994-2001年
日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, 10-107437, A (京セラ株式会社) 24. 4月. 1998 (24. 04. 98), 請求項 1, 【0019】 (ファミリーなし)	1-8
Y	JP, 8-88453, A (株式会社東芝) 2. 4月. 1996 (02. 04. 96), 【0018】 ~ 【0026】 (ファミリーなし)	1-8
A	JP, 11-31881, A (株式会社住友金属エレクトロデバイス) 2. 2月. 1999 (02. 02. 99), 【図 3】, 【図 5】 (ファミリーなし)	1-8
A	JP, 8-88451, A (株式会社東芝) 2. 4月. 1996 (02. 04. 96), 【0004】 (ファミリーなし)	1-8

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

18. 06. 01

国際調査報告の発送日

26.06.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
郵便番号 100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

三崎 仁



4 T 8928

電話番号 03-3581-1101 内線 3416